

グリホサート試験法

1. 分析対象化合物

グリホサート、グリホサートアンモニウム塩、グリホサートイソプロピルアミン塩、グリホサートトリメシウム塩、グリホサートナトリウム塩

2. 装置

蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

グリホサート 本品はグリホサート99%以上を含む。

分解点 本品の分解点は230°Cである。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

(1) 穀類、豆類、果実、野菜、種実類及び抹茶の場合

穀類及び豆類の場合は、検体を420 µmの標準網ふるいを通して粉砕した後、その20.0 gを量り採る。

果実、野菜及び種実類の場合は、検体約1 kgを精密に量り、必要に応じ適量の水を量つて加え、細切均一化した後、検体20.0 gに相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体20.0 gを量り採る。

これに水100 mL及びクロロホルム50 mLを加え、振とう機を用いて30分間激しく振り混ぜた後、毎分3,000回転で遠心分離を行い、水層を分取する。沈殿に50 mLの水を加え、よく振り混ぜた後、上記と同様の条件で遠心分離を行い、水層を合わせる。これをろ過した後、水を加えて正確に200 mLとし、その25 mLをすり合わせ減圧濃縮器中に移し、50°C以下で水を除去する。この残留物に水2 mLを加えて溶かす。

(2) 抹茶以外の茶の場合

検体10.0 gを100°Cの水500 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液20 mLをすり合わせ減圧濃縮器中に移し、50°C以下で水を除去する。この残留物に水2 mLを加えて溶かす。

b 精製法

内径10 mm、長さ300 mmのクロマトグラフ管に、強酸性陽イオン交換樹脂（粒径37~74 µm）12 mLを水に懸濁したものを入れ、カラムの上端に少量の水が残る程度まで水を流出

させる。このカラムに水50 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入した後、水1 mLで上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液をカラムに注入し、流出液は捨てる。このカラムに水8 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、50°C以下で水を除去する。この残留物に0.05 mol/L四ホウ酸ナトリウム溶液5 mLを加えて溶かす。これに0.1%9-フルオレニルメチルクロロホルマーアセトン溶液5 mLを加え、密栓し、よく振り混ぜた後、20分間放置する。この溶液に酢酸エチル10 mLを加え、1分間振り混ぜた後、静置し、水層を採り、これを試験溶液とする。

6. 操作法

a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品について5. 試験溶液の調製の b 精製法と同様に操作して得られたものと一致しなければならない。

操作条件

カラム充填剤 強塩基性陰イオン交換樹脂を用いる（粒径10 μm）。

クロマトグラフ管 内径4.5 mm、長さ250 mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40°C

検出器 励起波長254 nm、蛍光波長315 nmで操作する。

移動相 アセトニトリル及び0.1 mol/Lリン酸一カリウム溶液の混液（1 : 3）を用いる。グリホサートが11～15分で流出する流速に調整する。

b 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

7. 定量限界

0.01 mg/kg

8. 留意事項

グリホサートの分析値には、グリホサート、グリホサートアンモニウム塩、グリホサートイソプロピルアミン塩、グリホサートトリメシウム塩及びグリホサートナトリウム塩が含まれる。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A